

EUGENIO ANDRI (*)

UTILIZZAZIONE DEL MICROSCOPIO ELETTRONICO A SCANSIONE IN MICROPALÉONTOLOGIA E NELLO STUDIO DELLE MICRITI(**)

Riassunto. — Vengono qui descritti due metodi di preparazione dei campioni per una migliore utilizzazione del M.E.S. in Micropaleontologia e nello studio della tessitura di rocce carbonatate a grana fine. Tali metodi sono basati principalmente sull'uso di foretti diamantati che consentono il prelievo sia di piccole carote per la confezione di cilindretti-campione sia di porzioni di sezioni sottili non ricoperte.

Abstract. — *Use of the S.E.M. in Micropaleontology and in the study of micrites.*

Two different methods for samples preparation are described. Improvement in S.E.M. application for Micropaleontology and texture determination of fine-grained carbonate rocks is reported. The methods are based mainly on the use of diamond core drills which allow the drawing of small cores for the preparation of small cylinders-sample and of parts of uncovered thin sections.

Abbreviazioni: M.E.S. = Microscopio Elettronico a Scansione,
S.E.M. = Scanning Electron Microscope.

Premessa.

Come è noto il funzionamento del microscopio elettronico a scansione è basato sull'esplorazione punto per punto della superficie di un oggetto a mezzo di elettroni veloci generati da un filamento di tungsteno a forma di V portato ad incandescenza nel vuoto, ed accelerati da un potenziale ad alta tensione (elettroni primari); tali elettroni eccitando la superficie in esame generano elettroni secondari che, dopo essere stati raccolti da un opportuno rivelatore, vengono rinviati su un oscilloscopio catodico, sul quale si ha la ricostituzione dell'immagine in modo del tutto simile a quanto avviene nella televisione (immagine secondaria).

(*) Istituto di Geologia dell'Università, Corso Europa 30, Palazzo delle Scienze, 16132 Genova.

(**) Lavoro eseguito col contributo del C.N.R.

Per rendere la superficie del campione da esaminare conduttrice rispetto al pennello di elettroni che la colpiscono, la si metallizza mediante l'evaporazione sotto vuoto di un piccolo frammento di metallo (oro in genere) posto in arco voltaico.

L'esplorazione del campione avviene secondo una superficie e la qualità dell'immagine dipenderà, quindi, non solo dalla disposizione del campione sul portaoggetti e dall'angolo di incidenza del fascio di elettroni rispetto alla superficie da esaminare, ma anche dall'equilibrio nel gioco tra rilievi e depressioni della stessa.

Nel caso si debbano esaminare microfaune non facilmente estraibili dalla roccia si è soliti prelevare un frammento del campione per semplice frattura o spacco; i frammenti così ottenuti vengono incollati sul portaoggetti in modo tale che la superficie corrispondente al distacco, e quindi non alterata, sia rivolta verso l'alto, dopodiché si procede alla sua metallizzazione. Questo semplice metodo di preparazione del campione presenta però i seguenti inconvenienti:

a) casualità del rinvenimento di esemplari in condizioni ottimali di osservazione, nel caso la roccia non sia costituita nella sua quasi totalità dal naturale accumulo di spoglie dell'organismo cercato;

b) notevoli difficoltà di riconoscimento ed interpretazione delle porzioni dell'organismo cercato (sezioni irregolari e comunque non orientate);

c) forti irregolarità nella distribuzione di rilievi e depressioni sulla superficie da esaminare, ciò che comporta spesso metallizzazioni imperfette e difficoltà nella messa a fuoco con conseguente sfocatura di una parte della fotografia.

Da quanto detto appare chiaramente come una ricerca condotta con tale metodo tradizionale, essendo affidata al caso, comporti un notevole dispendio di tempo e di materiale. Il problema diventa pressoché irrisolvibile quando si vogliano condurre studi sulla struttura della parete di certi organismi od avere notizie più precise sulla tessitura di rocce sedimentarie a grana molto fine.

Metodi di preparazione dei campioni.

Confezione di cilindretti-campione.

Per ovviare a questi inconvenienti e per cercare, quindi, di ampliare le possibilità di impiego del microscopio elettronico a scansione vediamo, per prima cosa, come possiamo sfruttare al massimo la superficie utile disponibile, che è poi quella del portaoggetti (Fig. 1, n° 12-14), e come ridurre al minimo gli sprechi nelle metallizzazioni utilizzando, in luogo

di semplici frammenti ottenuti a spacco, piccoli campioni conformati a cilindro che abbiano come circonferenza di base pressappoco quella del nostro portaoggetti. Per ottenere campioni così conformati, senza dover ricorrere ad un lungo lavoro di mola e smeriglio, possiamo utilizzare i foretti a corona diamantata della Diamant Boart, con i quali si possono prelevare piccole carote del diametro voluto in punti prescelti dei campioni macroscopici da studiare. Per ottenere piccole carote di 9 mm di diametro (diametro pressocché identico a quello del portaoggetti standard (Fig. 1, n° 12) nei microscopi elettronici a scansione JSM-U2 e JSM-U3)

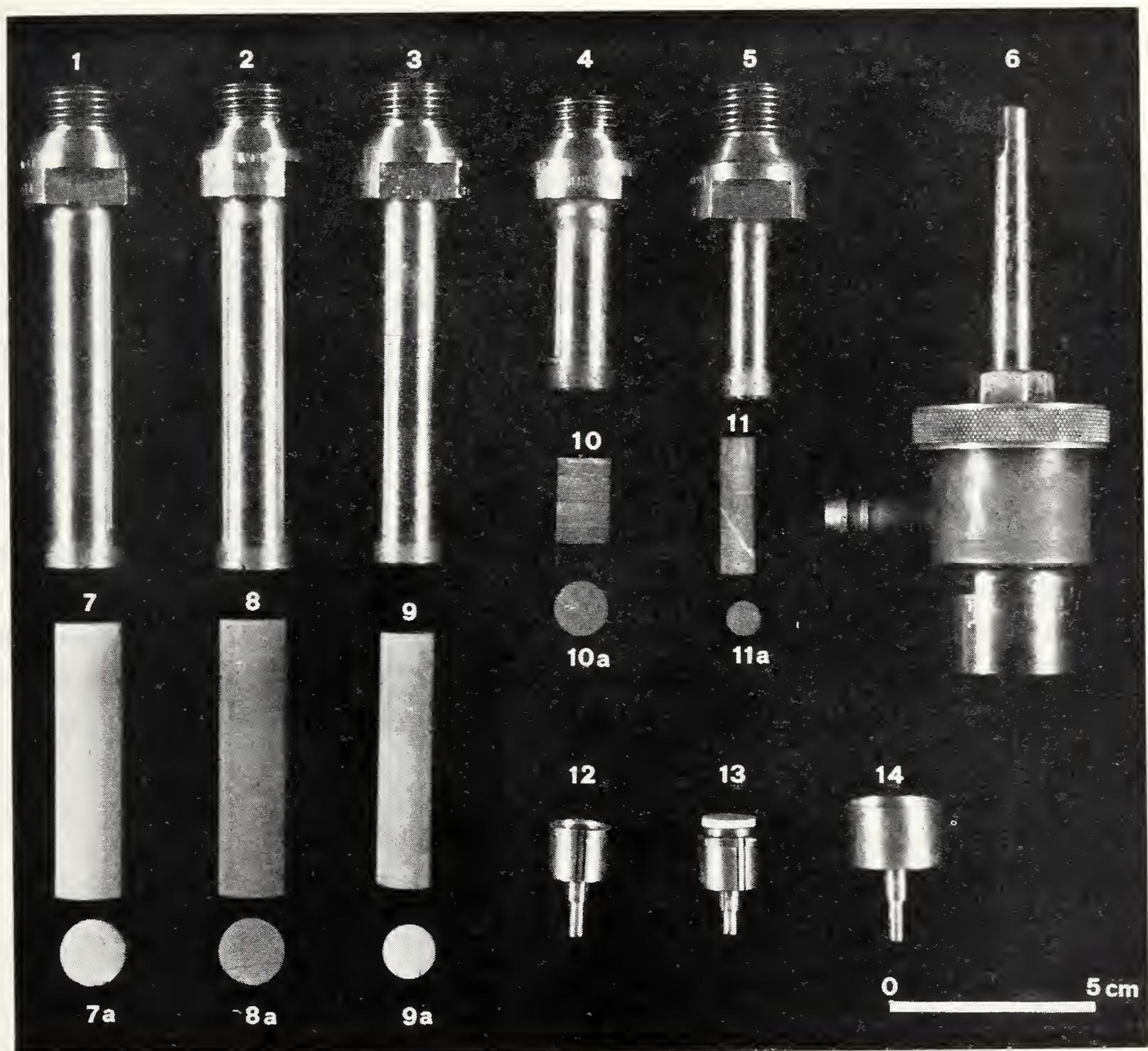


Fig. 1. — Vari tipi di foretti diamantati di diverso diametro e di differente lunghezza (1-5) con le relative carote ottenute (7-11) e i cilindretti-campione da queste ultime ricavati (7a-11a); raccordo intermedio o « testa di iniezione » della Diamant Boart (6); porta-campioni standard per microscopi elettronici a scansione JSM-U2 e JSM-U3 (12-14).

dovremo scegliere un foretto diamantato da \varnothing 12 mm (i 3 mm di differenza sono dovuti allo spessore della corona diamantata ⁽¹⁾); con tale foretto si ottiene a fine corsa, una piccola carota di circa 35 mm di lunghezza (Fig. 1, n° 11), dal taglio della quale si potrà ottenere tutta una serie di piccoli cilindri campione dello spessore di qualche millimetro (Fig. 1, n° 11a). Una porzione della stessa potrà, inoltre, servire per eseguire una calcimetria o un'analisi chimica completa od un'analisi diffrattometrica, ciò che permetterà di avere notizie anche da punto a punto sulla composizione del litotipo in studio e di saggiarne quindi l'omogeneità composizionale.

Una volta ottenuto il cilindro campione con il metodo sopra indicato, si rifinisce con smeriglio fine una delle sue basi che costituirà la superficie d'esame. Tale superficie viene quindi attaccata con una soluzione diluita all'1,5 o 2% di HCl da analisi (in genere bastano da 2 a 3 sec.) e lavata subito dopo in acqua distillata; questo leggero attacco permette di ripristinare un rilievo sufficiente ed abbastanza omogeneo per il successivo esame al microscopio elettronico a scansione.

Da numerose prove effettuate su calcari a grana fine, a diversa coerenza e talora in presenza di ricristallizzazione più o meno pronunciata, abbiamo potuto notare che è consigliabile mantenere la concentrazione dell'HCl non superiore al 2%, giocando piuttosto sul tempo di attacco. Con un comune binoculare saremo in grado di scegliere il tempo di attacco più idoneo alla preparazione.

Quanto al rischio di artefatti dovuti all'attacco acido, possiamo dire che esso è minimo se si tien conto dei risultati ottenibili e della possibilità di riconoscere facilmente, là dove l'attacco è stato più prolungato, figure di corrosione superficiale da figure naturali di dissoluzione; nessun rischio se l'attacco è debole soprattutto se sono intervenuti nella roccia calcarea in esame fenomeni di ricristallizzazione più o meno intensi.

Qualora si vogliano condurre studi su organismi a guscio o ad impalcatura scheletrica calcarea in un calcare micritico si dovrà tener conto, nella scelta del tempo di attacco ottimale, anche del diverso modo di reagire alla dissoluzione di tali organismi rispetto alla micrite che li ingloba.

Questo semplice metodo, non del tutto nuovo (LOREAU J.-P., 1970; ANDRI E. e AUBRY M.-P., 1973 ad es.), può dare degli ottimi risultati

(1) Ci sembra utile ricordare che, oltre a produrre una vasta gamma di foretti diamantati di diverso diametro e lunghezza (v. Fig. 1, n° 1-5), la Diamant Boart ha studiato e messo in commercio uno speciale raccordo che consente di impiegare tali foretti su un comune trapano purché munito di innesto a cono morse. Tale raccordo intermedio («testa di iniezione», Fig. 1, n° 6) consente di assicurare l'iniezione d'acqua centrale indispensabile per il buon funzionamento dell'utensile diamantato.

soprattutto nell'osservazione della tessitura di rocce carbonatiche a grana molto fine quali le micriti e le nannomicriti (es. maiolica, biancone ecc.) e nello studio del nannoplancton calcareo, come pure nell'esame della struttura della parete di microfossili nei quali tale struttura ha, o ha avuto finora, importanza per la loro determinazione ed attribuzione sistematica.

Utilizzazione di sezioni sottili non ricoperte.

Nonostante i sensibili miglioramenti ottenibili con il metodo di preparazione dei campioni precedentemente esposto, resta pur sempre la casualità nel rinvenimento di ciò che si cerca ed il limite rappresentato dalla quasi totale impossibilità di sfruttare e correlare tra di loro le osservazioni della sezione di un oggetto per trasparenza e quelle condotte sulla superficie di frammenti o porzioni del campione ottenuti più o meno a caso.

Per tentare di collegare i due metodi di osservazione e poter quindi confrontare i dati ottenuti, proponiamo il seguente semplice metodo, utile soprattutto in Micropaleontologia. La ricerca preliminare viene condotta su sezioni sottili non ricoperte, che ci daranno modo non solo di ricercare con minor dispendio di tempo e di mezzi (indagine su superfici ben maggiori di quella del cilindro campione utilizzato nel M.E.S.) l'organismo da studiare, ma anche di ricercarne le sezioni orientate più consone a tale studio.

Una volta rinvenuta la sezione dell'organismo più adatta e di cui si conosce con sicurezza l'orientazione, la si può fotografare al microscopio ottico (per ovviare agli inconvenienti dovuti alla sezione non ricoperta si consiglia prima di fotografare di ricoprirla con un normale coprioggetti dopo aver lasciato cadere sulla sezione una goccia di glicerina o di semplice acqua). Per passare all'esame al M.E.S. si procede quindi alla asportazione della porzione di sezione sottile, che contiene il microorganismo in esame, utilizzando il foretto diamantato precedentemente descritto (per far questo sarà sufficiente fissare la sezione su di un piano porta-sezioni a morsetto). Fatto ciò si passa all'attacco per 1 o 2 sec. circa della porzione di sezione così ottenuta con HCl diluito all'1% (è perciò consigliabile che la sezione non sia troppo sottile); si può passare quindi alla sua metallizzazione ed al suo studio al microscopio elettronico a scansione.

Questo semplice metodo può dare degli ottimi risultati oltre che per la possibilità che offre di poter confrontare con sicurezza i dati ottenibili tramite le due osservazioni (ottica ed elettronica), anche per l'esame della tessitura della roccia incassante. A questo proposito, anche se rappresenta una osservazione a carattere empirico, abbiamo notato che, spe-

cie in campioni di marnomicriti (calcari marnosi ecc.), cioè in quei litotipi in cui si ha una frazione argillosa intimamente commista a quella calcareo micritica, con un attacco leggermente più energico della sezione si può eliminare tutta la frazione carbonatica (dei microfossili calcitici rimarrà solo l'impronta) ed ottenere, quindi, una rappresentazione spaziale della tessitura della roccia stessa con le vie preferenziali, se esistono, dei carbonati nonché un rapporto percentuale, approssimato si intende, micrite/minerali argillosi e detritici, che sarà comunque utile se confrontato con una analisi chimica completa o di valido aiuto per una giusta interpretazione dei dati forniti dalla stessa.

Conclusioni.

Oltre alle applicazioni in Micropaleontologia e nello studio dei calcari a grana fine precedentemente esposte, vogliamo ancora ricordare alcune altre applicazioni che hanno già dato ottimi risultati. Nello studio delle torbiditi pelagiche calcaree, ad esempio, abbiamo potuto mettere in evidenza microlaminazioni e gradazioni del fango calcareo esaminando tutta la piccola carota ricavata perforando tetto-letto uno strato. Ciò ci ha consentito di avere un certo numero di cilindretti-campione rappresentativi dello strato stesso e che hanno potuto essere utilizzati di volta in volta, o per una analisi al M.E.S. della tessitura o, dopo polverizzazione, per analisi calcimetriche, chimiche o diffrattometriche. Abbiamo potuto inoltre esaminare in dettaglio la tessitura degli intraclasti eventualmente presenti ed il loro bordo di contatto con il resto della roccia.

In Macropaleontologia, infine, ricordiamo la possibilità di prelievo di porzioni del guscio di organismi quali Lamellibranchi, Brachiopodi ecc. per studiarne la struttura.

LAVORI CITATI

- ANDRI E. & AUBRY M.-P., 1973 - Nouvelles méthodes de préparation d'échantillons de roches en vue de leur étude au microscope électronique à balayage - *Revue Micropaléontologie*, Paris, 16 (1), pp. 3-6, tav. 1.
- LOREAU J.-P., 1970 - Contribution à l'étude des calcarénites hétérogènes par l'emploi simultané de la microscopie photonique et de la microscopie électronique à balayage. Problème particulier de la micritisation - *Journal Microscopie*, Paris, 9 (6), pp. 727-734, tavv. 1-4.